

Ćw 6. Identyfikacja polimerów i tworzyw polimerowych

Badania identyfikacyjne mają najczęściej na celu rozpoznanie i sklasyfikowanie nieznanego tworzywa.

Identyfikacja próbki nieznanego tworzywa obejmuje takie etapy jak:

1. Zakwalifikowanie polimeru do jednej z grup, przez oznaczenie składu pierwiastkowego (węgla, wodoru, tlenu, azotu i chloru) oraz liczby zmydlenia i liczby acetalowj.
2. Wydzielenie i oczyszczenie polimeru przez usunięcie napelniaczy, zmiękczaczy i barwników.
Stosuje się takie metody oddzielania polimeru od innych składników jak: metoda frakcjonowanej ekstrakcji, frakcjonowanego strącania oraz destylacji próżniowej.
3. Charakterystyka właściwości fizycznych (gęstości).
4. Badanie zachowania się tworzywa podczas termicznego rozkładu oraz identyfikacja produktów tego rozkładu.
5. Badanie zachowania się tworzywa wobec rozpuszczalników i nierozpuszczalników.
6. Oznaczenie T_g i T_m metodą np. DSC.
7. Określenie rodzaju wiązań chemicznych metodą np. IR (FTIR) lub 1H NMR (jeżeli polimer jest rozpuszczalny).

Jest to postępowanie bardzo pracochłonne. Często jednak do identyfikacji wystarczają prostsze schematy obejmujące takie próby jak:

- Wygląd zewnętrzny i badania organoleptyczne, Porównujemy min. przezroczystość, przeświecanie, barwę, gładkość powierzchni, twardość, sztywność, elastyczność, odgłos po uderzeniu.
- Zachowanie podczas rozkładu termicznego,
- Barwne reakcje chemiczne,
- Rozpuszczalność.

Zachowanie się polimeru podczas palenia

Próba polega na umieszczeniu rozdrobnionego tworzywa znajdującego się na końcu łopatkę w płomieniu palnika aż do zapalenia i obserwacji zjawisk. Następnie próbkę wyjmujemy z płomienia i obserwujemy dalej. Jeśli się pali, należy płomień zdmuchnąć, po czym obserwować powstające dymy i określić ich zapach oraz wygląd popiołu. Należy zwrócić uwagę na następujące zjawiska:

- czy tworzywo się pali, czy pali się w płomieniu palnika, a gaśnie po wyjęciu z płomienia, czy pali się samo, czy pali się gwałtownie, powodując odpryskiwanie
- rodzaj płomienia (kopcający, świecający), barwa płomienia, iskrzenie w płomieniu
- czy łatwo się topi, czy topi się kropelkami lub ciągnie nitki
- zapach gazów wydzielających się po zgaszeniu płomienia,

Próba rozpuszczalności:

- Określa się zachowanie pod wpływem działania określonych rozpuszczalników.
- Analizę rozpoczyna się do sprawdzenia rozpuszczalności tworzywa w wodzie, w rozpuszczalnikach, roztworach kwasów i zasad.
- Badanie przeprowadza się w ten sposób, że niewielką ilość próbki umieszcza się w probówce i dodaje kilka ml rozpuszczalnika, najczęściej organicznego węglowodorowego (toluen, benzen) lub polarnego (aceton) i obserwuje zachowanie polimeru:
 - pęcznieje,
 - rozpuszcza się na zimno – do próbówki 0,5g dobrze rozdrobnionego polimeru + 10ml rozpuszczalnika, wytrząsanie w wytrząsarce przez kilka godzin,
 - rozpuszcza się na gorąco – do kolby zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną 1g rozdrobnionego polimeru + 20 ml rozpuszczalnika i ogrzewać w łaźni wodnej przez 30 min,
 - obserwuje się stopień rozpuszczenia: częściowo, całkowite, brak
- Można również obserwować powierzchnie tworzywa pod wpływem zwilżenia jej rozpuszczalnikami:
 - zmiana połysku,
 - matowienie,
 - lokalne mięknienie

Identyfikacja na podstawie reakcji barwnych

Mechanizm tych reakcji i powstawanie barwy w wielu przypadkach nie jest znany. Zmiękczacze, napelniacze i substancje modyfikujące występujące w tworzywach nie biorą udziału w tych reakcjach (często zmniejszają czułość próby i konieczne jest ich usunięcie). Próba Liebermanna-Storcha-Morawskiego:

Mały kawałek żywicy lub polimeru umieszcza się na płytce lub w probówce i zadaje kilkoma kroplami bezwodnika octowego (2 ml). Wprowadza się 1 kroplę stężonego kwasu siarkowego (VI) i obserwuje się zmianę barwy roztworu i żywicy. Otrzymane wyniki porównuje się z wynikami w opracowanych tabelach.

WYKONANIE ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zidentyfikowanie 7 próbek tworzyw polimerowych na podstawie ich zachowania podczas rozpuszczania w związkach organicznych, na podstawie analizy organoleptycznej i obserwacji podczas próby palenia.

Numer próbki	Rozpuszczalnik	+/-, p	Obserwacje	Symbol polimeru	Wzór polimeru
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					

+ rozpuszczalny, - nierozpuszczalny, p - pęcznieje

Rozpuszczalność

- Zadaniem studentów jest zbadanie rozpuszczalności tworzyw „na zimno” w najbardziej popularnych rozpuszczalnikach organicznych.
- Rozpuszczalniki: etanol, dioksan, cykloheksanon, aceton, toluen
- Zestaw probówek z korkami.
- Studenci obserwują zmiany zachodzące w probówkach – obserwujemy czy tworzywo rozpuszcza się w rozpuszczalniku, nie rozpuszcza się czy też pęcznieje.

Obserwacje organoleptyczne

Studenci obserwują wygląd zewnętrzny próbek tworzyw:

- Barwa,
- Przezroczystość lub przeświecanie
- Sztywność, elastyczność, twardość
- Gładkość powierzchni,

Obserwacje podczas próby palenia

Studenci obserwują zachowanie tworzywa w płomieniu palnika i po wyjęciu z płomienia.

Potrzebne: tworzywo, szczypce, palnik

Obserwacje dotyczą

- czy tworzywo się pali, czy pali się w płomieniu palnika, a gaśnie po wyjęciu z płomienia, czy pali się samo, czy pali się gwałtownie, powodując odpryskiwanie
- rodzaj płomienia (kopcający, świecający), barwa płomienia i układ barw – może być kolorowa obwódka (test z siatką miedzianą)
- iskrzenie w płomieniu, czy się dymi
- czy łatwo się topi, czy topi się kropelkami lub ciągnie nitki
- zapach gazów wydzielających się po zgaszeniu płomienia,
- czy kapie podczas spalania, czy się zwęglą, tworzenie pęcherzy,

Badania dodatkowe – dla znanych tworzyw